

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA BAHIA DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Curso: Técnico em Química

Disciplina: Química

Analítica Docente: Vitória

Soares

Turma: 8822- G2

FRANCISCO BRAZ DE LIMA E FRANCO DA MATA PERRI GUIMARÃES CATHALÁ

RELATÓRIO Nº 1

TITULAÇÃO

Relatório apresentado ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Bahia como critério de avaliação do componente curricular Química Analítica - Prática do curso Técnico em Química sob orientação da professora Vitória Soares

Sumário

Objetivo
••••••
1.1 Objetivo
Geral
1.2 Objetivos
específicos
2 Parte
Experimental
•••
2.1 Materiais e
Reagentes
2.1.1. Tabela 01 - Materiais e
acessórios
2.1.2. Tabela 02 –
Reagentes
3 Procedimentos
••••••
3.1 Padronização da Solução de HCl com
Bórax
3.2.2 Procedimento Experimental
Y
3.2.2 Procedimento Experimental
Z
4 Resultados e
Discussões
5
Conclusão
••••••
6
Referências
••••••
_
7 Anexo
AHCAU
••••••

RECOMENDAÇÕES ANOTADAS DE VITÓRIA:

- -conclusão pra fechar (concluir) os objetivos, só colocar o RESULTADO FINAL
- -fazer objetivos, procedimento, etc, tudo como se fosse a mesma prática, sem separar, fazer como se tudo tivesse sido feito no mesmo dia
- -fazer procedimento no tempo passado, referindo que a prática já foi feita e na terceira pessoa sempre
- -resultados, tratamento e discussão podem ou não estar juntas no mesmo ponto, ou separados, tanto faz
- -título da tabela precisa estar claro, não importa se tá grande, precisa dar pra entender sem ler o texto
- -deixar tudo que for necessárop em tabela, que precisa ter as unidades referidas
- -não se discutirá as intercorrências da prática, das coisas que aconteceram no lab, mas sim os dados de maneira analítica, falar sobre a exatidão, da precisão e no por que foi feito a prática (da padronização e titulação), que NÃO pode ter fundamentação teórica, ou seja, sem explicar o que é padronização, etc.
- -na hora de colocar os dados e fazer os calculos, fazer o teste Q, e se necessário tirar algum dado, escrever: "dado o cálculo, o dado não faz parte do conjunto de dados por erro grosseiro"
- -colocar as reações ocorridas, que vão ser utilizadas pra fazer os calculos que serão baseados na estequiometria da prórpia, no tratamento de dados
- -TOMAR CUIDADO COM ALGARISMOS SIGINIFICATIVOS

1. Objetivos

Determinar a concentração de ácido clorídrico por titulometria de neutralização

detectar o ponto final da reação, através da utilização de um indicador visual; determinar a concentração do HCl por titulometria de neutralização.

Através de métodos volumetricos calcular a concentração a de um ácido ou uma base cujas concentrações exatas são desconhecidas por acidimetria ou alcalimetria

Determinar a concentração exata de soluções aquosas diluídas de ácidos e bases fortes, utilizando-se a titulação;

Utilizar reações químicas (reações de neutralização para determinar a concentração de soluções de ácidos fortes e bases fortes);

- Utilizar indicadores ácido-base para identificar o ponto de equivalência numa titulação;
- Efetuar cálculos envolvendo concentração de soluções

padronizar soluções de NaOH (0,1M) e HCl(0,1M)

1.1 Objetivo geral

• Realizar procedimentos de padronização e titulação ácido-base utilizando indicadores adequados, com o intuito de determinar com precisão a concentração de soluções de HCl e NaOH por meio de titulometria de neutralização.

1.2 Objetivos específicos

- A partir da solução menos concentrada preparada a partir de outra solução padrão primário, avaliar as reações que ocorrem com os indicadores na titulação;
- Utilizar indicadores ácido-base para identificar o ponto de equivalência e ponto final numa titulação de acidimetria e alcalimetria;
- Padronizar a solução de ácido clorídrico (HCl) utilizando uma solução padrão primária de bórax, aplicando nela o indicador vermelho de metila para detecção do ponto final de equivalência da titulação.
 - Utilizar a solução de HCl previamente padronizada como solução titulante para a padronização da solução de hidróxido de sódio (NaOH), empregando a fenolftaleína como indicador ácido-base na solução.

- Aplicar corretamente a técnica de titulação, garantindo precisão na leitura dos volumes e na observação das mudanças de cor dos indicadores.
- Calcular a concentração exata das soluções tituladas a partir dos dados experimentais obtidos, aplicando os princípios estequiométricos e cuidando do tratamento estatístico necessário para os valores.

2. Parte experimental

2.1 Materiais e reagentes

A tabela a seguir apresenta todos os materiais e acessórios que foram utilizados na prática de titulação (da padronização do HCl a partir de um primário e padronização do NaOH a partir do secundário), bem como suas respectivas capacidades e quantidades utilizadas.

2.1.1. Tabela 1. Materiais e acessórios utilizados na prática de titulação

Identificação	Capacidade	Quantidade utilizada
Béquer	50 ml	8
Erlenmayer	125 ml	8
Bureta	25 ml	2
Pipeta volumétrica	15 ml	1
Pipeta volumétrica	10 ml	1
Papel toalha	-	2
Suporte universal	-	2
Garra do suporte	-	2
Garra do suporte	-	2

A tabela a seguir apresenta todos os reagentes que foram utilizados na prática de titulação (da padronização do HCl a partir de um primário e padronização do NaOH a partir do secundário), bem como sus respectivas concentrações e quantidades.

2.1.2. Tabela 2. Reagentes utilizados na prática de (nome da prática)

Identificação	Concentração	Quantidade
HCl (ácido cloridrico)	0,08141 mol/L	100 ml
Bórax	P.A	0,6985 g
Água destilada	P.A	~150 ml
Vermelho de metila	-	4 gotas
NaOH(hidróxido de sódio)	0,1 mol/L	65 ml
Fenolftaleína	1% (v/v)	4 gotas

7

3. Procedimentos

3.1 Padronização da Solução de HCl com Bórax

3.1.1 Cálculo prévio e Preparo da Solução de Bórax

- Calculou-se a massa de bórax (Na₂B₄O₇·10H₂O) necessária para o preparo da solução padrão, considerando a concentração desejada e o volume de solução a ser preparado a partir das proporções da estequiometria da reação.
- Pesou-se a massa obtida em balança analítica, utilizando vidraria limpa e seca.
- A substância foi transferida para um béquer, onde foi dissolvido com 15,00 mL água destilada.
- Daí, foi transferido para um erlenmayer de 125 mL e adicionado 1 gota do indicador vermelho de metila

4.2.2 Titulação do HCl com Bórax

- Lavou-se e ambientou-se uma bureta com a solução de HCl previamente preparada a partir do reagente concentrado.
- A bureta foi preenchida com essa solução e cuidadosamente zerada com o menisco ajustado sobre a marca de 0,00 mL.
- Em um erlenmeyer limpo, adicionaram-se 25,00 mL da solução de bórax, previamente medidos com pipeta volumétrica, e 3 gotas de vermelho de metila.
- Iniciou-se a titulação, gotejando-se o HCl da bureta sobre a solução de bórax com agitação constante, até que a coloração do sistema se aproximasse da da testemunha.
- O processo foi realizado em triplicata, a fim de garantir reprodutibilidade dos resultados.

4.3 Padronização da Solução de NaOH com HCl Padronizado

4.3.1 Preparo do Sistema para Titulação

- Após a padronização do HCl, utilizaram-se 10,00 mL da solução de HCl padronizada, medidos com pipeta volumétrica, os quais foram transferidos para um erlenmeyer limpo.
- Acrescentaram-se 3 gotas de fenolftaleína, que conferiu coloração incolor inicial à solução.

4.3.2 Titulação com Solução de NaOH

- Uma segunda bureta foi lavada e ambientada com a solução de hidróxido de sódio (NaOH) previamente preparada a partir do sólido diluído em água destilada.
- A bureta foi então preenchida com a solução básica e zerada cuidadosamente.
- Procedeu-se à titulação com adição gradual do NaOH à solução ácida, sob agitação constante, até que fosse observada a viragem do indicador para coloração rosa persistente, sinalizando o ponto final.
- A titulação foi realizada quatro vezes, visando garantir consistência e confiabilidade nos dados obtidos.

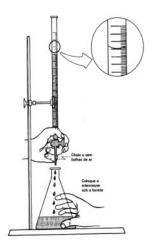


Figura 1: Procedimento adotado na execução de uma titulação.

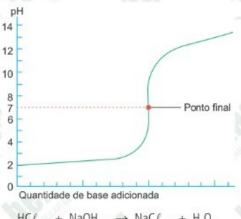
O indicador é uma substância qualquer que, uma vez adicionada ao erlenmeyer, indica por meio de mudança de coloração o ponto final da reação; indica, portanto, quando a titulação deve terminar. Os indicadores mais comuns são:

Indicador	Ácido	Base
Tornassol	róseo	azul
Fenolftaleina	Incolor	vermelho
Alaranjado de metila	vermelho	amarelo
Azul de bromotimol	amarelo	azul

Casos possíveis de titulação.

a) Titulação de ácido forte com base forte

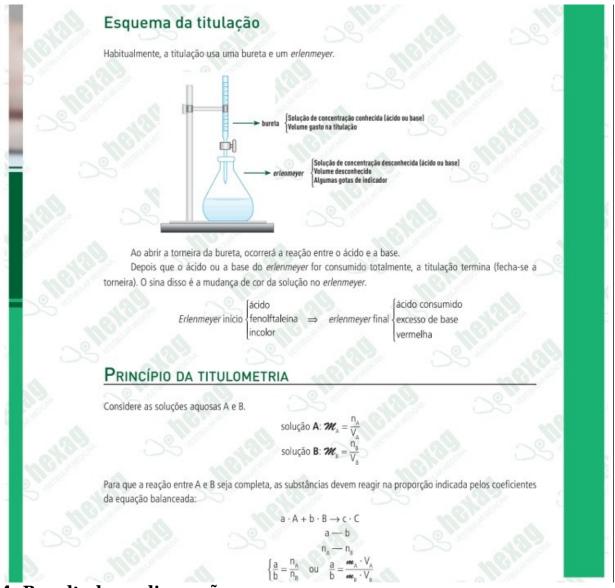
O sal formado produz solução neutra. Logo, no ponto final, o meio será neutro.



 $\mathsf{HC}\ell_{\scriptscriptstyle (\mathsf{aq})} \, + \, \mathsf{NaOH}_{\scriptscriptstyle (\mathsf{aq})} \, \to \, \mathsf{NaC}\ell_{\scriptscriptstyle (\mathsf{aq})} \, + \, \mathsf{H}_{\scriptscriptstyle 2}\mathsf{O}_{\scriptscriptstyle (\ell)}$

Em geral, o pH de viragem dos indicadores está compreendido entre 4 e 10. Portanto, qualquer indicador poderá ser usado.

Na prática, comumente se usa fenolftaleína ou alaranjado de metila.



4. Resultados e discussões

Na química analítica clássica, a volumetria é usada para padronizar soluções e determinar suas concentrações com base em padrões primários ou secundários.

Na padronização de uma solução de ácido clorídrico (HCl) ~ 0.1 mol/L, o objetivo é determinar com precisão a concentração da solução de HCl a partir de um padrão primário bem estabelecido como o bórax (Na₂B₄O₇·10H₂O) (e no caso do NaOH, o padrão secundário que era o HCl após ter sua concentração padronizada), esse, por sua vez tem algumas características apropriadas para tal uso, como: alta pureza: pode ser adquirido com grau analítico e com composição bem definida; estabilidade química: Não reage facilmente com o ar ou luz; massa molar alta: reduzindo, em algum grau, o erro relativo na pesagem; reação estequiométrica bem definida com ácidos fortes: quando reage com HCl, a neutralização é clara, completa e perceptível; solubilidade adequada em água: permite preparação de soluções com boa precisão.

A padronização tem intenção de garantir que a solução tanto do HCl quanto do NaOH possa ser usada de maneira mais confiável, assegurando a concentração (e, portanto, outras características físico-químicas) real daquela solução, garantindo a reprodutibilidade e precisão dos resultados para futuros experimentos.

O procedimento em questão, da padronização do HCl, envolve a titulação de uma solução de 15,00 mL de bórax no erlenmayer com a solução de HCl a ser padronizada na bureta. Como dito, a solução de bórax agirá como padrão diretamente como referência para determinar a concentração exata de outras substâncias, como o HCl; essa, por sua vez, foi adicionado vermelho de metila, que possui uma faixa de viragem na faixa de pH de 4,2 a 6,3 (As soluções de vermelho de metila são vermelhas em pH 4,2 tornando-se amarelas em pH 6,3.). Nesse caso, a viragem do indicador de uma coloração amarela para rosa pálido indica que o ponto de equivalência está próximo. O HCl irá interagir com o bórax, quando uma quantidade maior de H+ do que OH- presente na solução, irá ocorrer a mudança de coloração, guando a mudança de coloração for evidente, indica que o pH já está ácido. Ponto de equivalência é alcançado quando a quantidade de HCl adicionada fosse quimicamente equivalente à quantidade de bórax. Usamos então a própria reação do HCl com o bórax para calcular, a partir de uma concentração desejada, a massa do padrão primário necessário para tal ponto.

CÁLCULO PARA MASSA TEÓRICA DO BÓRAX:

$$Na_2 B_4 O_7 \cdot 10 H_2 O + 2 HCl \longrightarrow 2 NaCl + 4 H_3 BO_3 + 5 H_2 O$$

Proporção de 1 do bórax para 2 do HCl (1 mol de bórax reage com 2 mols de HCl), pela lei de conservação de massas e a proporção referida, temos que o nº de mols do bórax será o dobro do nº de mols do ácido clorídrico, sendo assim:

$$\begin{array}{lll} 2 \; n_{b\acute{o}rax} \rightarrow n_{HCl} \\ \\ n_{b\acute{o}rax} = & \left(\frac{\textit{m}\, b\acute{o}rax}{\textit{MM}\, b\acute{o}rax} \right) & \vdots \; n_{HCl} = C_{HCl} \times V_{HCl} & \vdots \; C = \left(\frac{\textit{n}}{\textit{V}} \right) \\ \\ 2 \; \times & \left(\frac{\textit{m}\, b\acute{o}rax}{\textit{MM}\, b\acute{o}rax} \right) & = C_{HCl} \times V_{HCl} \\ \\ m: \; massa \; (g) \\ \\ MM: \; massa \; molar \; (g/mol) \\ \\ C: \; concentração \; (mol/L) \\ \\ V: \; volume \; (L) \\ \\ n: \; n\acute{u}mero \; de \; mols \; (mol) \end{array}$$

$$2 \times \left(\frac{mb\acute{o}rax}{381,37}\right) = 0,1000 \times 0,01200$$

$$mb\acute{o}rax = \frac{0,1000 \times 0,01200 \times 381,37}{2}$$

$$m b \acute{o} rax = 0,228822 g$$

$$m b \acute{o} rax \approx 0,2288 g$$

Esse cálculo foi feito em uma aula de pré-lab junto com uma docente e foi esse o valor encontrado em conjunto e usado para a prática de todos os discentes nessa mesma prática. Porém, precisamos entender uma importante falha nesse valor, a pureza do bórax. A massa do bórax encontrada está relacionada a 99% de pureza (pureza do material usado), então, para obter a massa equivalente aos 100%, é necessário fazer uma regra de três para encontrar o valor da massa que precisamos usar do bórax 99% para equivaler a mesma quantidade se fosse usado o 100%:

$$\frac{0,2288g}{xg} = \frac{99\%}{100\%}$$

$$x$$
 ≈ 0,2311 g

Entendemos, então, que essa é a massa teórica de bórax para realizar as soluções pensando na concentração desejada de 0,1000 mol/L do HCl e o volume de 12 ml a ser padronizado (esse que foi calculado a partir da noção de usar 50% do volume da bureta que seria usada, a de 25 ml, 25 ml=12ml). logo 50% de **Impurezas** afetam esteguiométricos: reações guímicas dependem da guantidade exata dos reagentes para produzir a quantidade esperada de produto. Essas, não participam (ou participam de forma indesejada) da reação principal, o que significa que a massa total de um material não é toda composta pela substância ativa, por isso a importância de calcular essa "correção" para assegurar que toda massa esteja participando efetivamente da reação esteguiométrica para a neutralização

Mas como o cálculo da concentração leva em conta o valor obtido na pesagem e não o teórico, de nada vai surtir efeito negativo sob a prática ter sido feita baseada no valor anterior a esse encontrado. Até por que, percebemos, pelos valores de massa do bórax a aproximação dos valores pesados com o esperado.

Tabela 3 - Dados obtidos da padronização da solução de HCl para cálculo da [HCl]

N ⁰ DE	MASSA DO BÓRAX	VOLUME	CONCENTRAÇÃO
TITULAÇÕES	(g)	ESCOADO HCL (mL)	DO HCl (mol/L) ([HCl])
1	0,2300	14,80	0,08149
2	0,2288	14,74	0,08140
3	0,2397	15,46	0,08134

CÁLCULOS DAS CONCENTRAÇÕES ENCONTRADAS DO HCl (mol/L) (A partir da titulação)

1) Cálculo concentração HCl da 1ª titulação:

$$2 \times \left(\frac{0,2300}{381,37}\right) = i \qquad C_{HC1} \times 0,01480$$

$$C_{HC11} = \left(\frac{2 \times 0,2300}{381,37} \times \frac{1}{0,01480}\right)$$

 $C_{HCl 1} \approx 0.08149 \text{ mol/L}$

2) Cálculo concentração HCl da 2ª titulação:

$$2 \times \left(\frac{0,2288}{381,37}\right) = C_{HCl 2} \times 0,01474$$

$$C_{HCl 2} = \left(\frac{2 \times 0,2288}{381,37} \times \frac{1}{0,01474}\right)$$

 $C_{HCl 2} \approx 0.08140 \text{ mol/L}$

3)Cálculo concentração HCl da 3ª titulação:

$$2 \times \left(\frac{0,2397}{381,37}\right) = C_{HCl3} \times 0,01546$$

$$C_{HCl3} = \left(\frac{2 \times 0,2398}{381,37} \times \frac{1}{0,01546}\right)$$

 $C_{\text{HCl }3} \approx 0.08134 \text{ mol/L}$

→ Cálculo da média dos valores de concentração:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^{n} Xi}{n}$$
 ou
$$\frac{X1 + X2 + \dots + Xn}{n}$$

 \bar{X} = média dos valores encontrados (X_i)

 X_i = valor encontrado (individual)

n = número de repetições do procedimento

$$\bar{X} = \frac{0,08149 + 0,08140 + 0,08134}{3}$$

 $\bar{X} = 0.08141 \text{ mol/L}$

Tabela 4 - Resultados da padronização do HCl: Dados das concentrações calculadas para o cálculo do desvio e do quadrado do desvio para tratamento estatístico (s, s², CV)

CONCENTRAÇ ÃO HCl (mol/L) (X _i)	Desvio X _i - X̄ (mol/L)	desvio	do () ²
0,08149	8× 10 ⁻⁵	6,4× 10 ⁻⁹	
0,08140	-10× 10 ⁻⁵	10-8	
0,08134	-7 <i>×</i> 10 ⁻⁵	4,9× 10 ⁻⁹	
Média aritmética (X)	0,08141 mol/L		
Somatório do quadrado do desvio [Σ (X _i -X) ²]	2.13×10^{-8} $(\text{mol/L})^2$		
Desvio padrão (s)	± 0,001		
Variância (s²)	1,065 × 10 ⁻⁸		
Coeficiente de Variância (CV)	0,1228%		

→ Cálculo do desvio padrão de concentração:
 Fórmula do Desvio Padrão (s):

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$S = \sqrt{\frac{2,13 \times 10 \, \Box^{-8}}{3-1}}$$

$$S \approx 0,0001$$

 \hookrightarrow Cálculo da variância (S²) de concentração: Fórmula para variância (S²):

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n} (Xi - \overline{X})^2}{n-1}$$

$$S^2 = \frac{2,13 \times 10^{-8}}{2}$$

$$S^2 = 1,065 \times 10^{-8}$$

→ Cálculo do Coeficiente de Variância (CV) da concentração: Fórmula do Coeficiente de Variância (CV):

$$CV = \left(\frac{s}{\bar{x}}\right) \times 100$$

$$CV = \left(\frac{0,0001}{0,08141}\right) \times 100$$

Tendo em vista que a concentração teórica esperada da solução era de 0,1 mol/L e que tivemos a média da concentração calculada em 0,08141 mol/L (o que está abaixo da concentração teórica), as discrepâncias encontradas entre o valor da concentração teórica e a experimental podem se explicar a alguns fatores: erros de

manipulação durante o preparo da solução, imprecisões no volume medido para o preparo da solução, a volatilização do HCl, enquanto o preparo da solução ocorria, o HCl pode ter absorvido o dióxido de carbono (CO₂) do ar, formando ácido carbônico (H₂CO₃), o que alterará sua concentração ao longo do tempo. Que também foi um importante fator para explicar essa diferença, o tempo, a solução foi preparada e a titulação do HCl só foi realizada tempos depois (2 ou 3 semanas) e o do NaOH que ainda esteve mais suscetível a perdas pois demorou ainda mais tempo desde o preparo, tudo isso confere perca por processos físicos e químicos. Além da higroscopicidade do bórax, que é uma substância com facilidade de absorver a umidade do ar. Isso pode alterar a massa efetiva dele, o que faz com que a quantidade de bórax utilizada seja maior do que a esperada levando a um volume maior de HCl para alcançar o ponto de equivalência, além das próprias discrepâncias (mesmo que pequenas) na pesagem, levando diferença das massas obtidas do padrão primário com o valor teórico. Quanto a precisão e exatidão, nós podemos afirmar que nossos valores de concentração do HCl e do NaOH (principalmente os do ácido clorídrico) estão precisos, porém com baixa exatidão, visto que os valores de concentração das 3 triplicatas estão próximos entre si, porém, em alguma medida, distante do valor "verdadeiro".

5. Conclusão

A realização das padronizações na presente prática teve como finalidade assegurar a confiabilidade e a exatidão dos dados obtidos nos processos titulométricos, com ênfase na determinação precisa da concentração das soluções de ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH). Ambas as substâncias, embora amplamente utilizadas em análises ácido-base, não apresentam características que as qualifiquem como padrões primários, exigindo, portanto, a realização de padronizações prévias antes de seu uso em procedimentos analíticos quantitativos.

A solução de HCl utilizada foi inicialmente preparada a partir de um reagente comercial concentrado. Contudo, o HCl concentrado apresenta limitações importantes, como volatilidade significativa, higroscopicidade e presença de impurezas ou variação de teor, o que compromete a precisão na determinação direta de sua concentração por simples diluição. Por essa razão, foi necessária a padronização dessa solução por meio da titulação com bórax (Na₂B₄O₇·10H₂O), um composto que atende aos critérios estabelecidos para um padrão primário, incluindo elevada pureza, estabilidade, ausência de higroscopicidade, massa molar bem definida e comportamento estequiométrico previsível em reações de neutralização com ácidos fortes. A reação do bórax com o HCl ocorre de forma completa e mensurável, possibilitando a determinação precisa da concentração da solução ácida com base em cálculos estequiométricos.

A partir do momento em que a concentração do HCl foi determinada com exatidão por meio da reação com o padrão primário bórax, esta solução passou a ser considerada um padrão secundário. Com isso, foi possível utilizá-la para a padronização da solução de NaOH, que também apresenta problemas quanto à confiabilidade de sua concentração inicial. O hidróxido de sódio, ainda que preparado a partir do sólido, não pode ser considerado um padrão primário em virtude de sua natureza fortemente higroscópica, instabilidade frente à absorção de dióxido de carbono atmosférico e possíveis impurezas em sua forma sólida. Esses fatores tornam necessário o uso de uma solução previamente padronizada (neste caso, o HCl padronizado) para que se possa obter com precisão a concentração efetiva do NaOH preparado.

Portanto, a sequência de padronizações — inicialmente do HCl com o padrão primário bórax, e posteriormente do NaOH com o padrão secundário HCl — foi essencial para garantir a rastreabilidade metrológica, a confiabilidade analítica e a validade dos resultados obtidos nas titulações realizadas. Essa abordagem é coerente com os princípios da química analítica clássica, assegurando que os dados obtidos possam ser interpretados com segurança e utilizados em cálculos posteriores com base em concentrações conhecidas e verificadas experimentalmente.

6. Referências

Como referenciar livros (ABNT): SOBRENOME DO AUTOR, Nome do autor. Título da Obra. Número da edição.ed. Cidade: Editora, ano.

Como referenciar sites (ABNT): autor (pessoa ou organização); local de publicação, se houver (não é o site); data de publicação, se houver; endereço eletrônico (URL) entre <>; data de acesso ao site.

Como referenciar artigos (ABNT): ÚLTIMO NOME, Primeiro nome do autor do artigo. Título do artigo. Título da Revista, local de publicação, volume do exemplar, número do exemplar, p. (página inicial e final do artigo), mês, ano de publicação. Disponível em: link>.

7. Anexo

Colocar as imagens referentes a prática que forem mencionadas no texto como "em Anexo".

OBS: Só devem ser colocadas no Anexo imagens que não sejam necessárias para compreensão do texto. Caso a imagem seja importante para compreensão do texto, ela deve estar presente no corpo do mesmo.